

## MANUFACTURE OF ND-FE-B SINTERED MAGNET FOR OPTICAL ISOLATOR

Publication number: JP10270278

Publication date: 1998-10-09

Inventor: MAKITA AKIRA; YAMASHITA OSAMU; HASHIKAWA HIROSHI

Applicant: SUMITOMO SPEC METALS

Classification:

- International: B22F3/02; B22F3/035; B22F5/10; C22C38/00; H01F1/057; H01F41/02; B22F3/02; B22F3/03; B22F5/10; C22C38/00; H01F1/032; H01F41/02; (IPC1-7): H01F41/02; B22F3/035; C22C38/00

- European: H01F1/057B8C

Application number: JP19970090138 19970324

Priority number(s): JP19970090138 19970324

Report a data error here

### Abstract of JP10270278

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To enhance dimensional accuracy by supplying Nd-Fe-B alloy powder, granulated by spray granulation, into a dice cavity, having an opening of specified dimensions by free fall, molding the alloy powder by press, while the alloy powder is oriented by a magnetic field, and after binder removal, sintering the alloy powder and performing heat treatment and surface treatment.

**SOLUTION:** A Nd-Fe-B alloy granulation powder is loaded to the powder feeder of a press, and is supplied into a cylindrical dice cavity having an opening with an opening size of 0.2-5.0 mm by free fall. While the granulation powder is oriented by applying a magnetic field in the vertical direction, the granulation powder is pressurized in the direction of the depth and molded. The molded body is then subjected to binder removal processing in a hydrogen atmosphere, and subsequently held in vacuum at 1100 deg.C and sintered. Nitrogen is fed in vacuum to deposit Ti, and a TiN film is thereby deposited on the surface of the sintered magnet. As a result, a cylindrical sintered magnet, 0.1-4.0 mm in thickness, which has a hollow portion, and is superior in mechanical strength and magnetic characteristics, can be easily manufactured.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(19)日本国特許庁 (J P)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-270278

(43)公開日 平成10年(1998)10月9日

(51)Int.Cl.<sup>4</sup>

識別記号

F I

H 0 1 F 41/02

H 0 1 F 41/02

G

B 2 2 F 3/035

C 2 2 C 38/00

3 0 3 D

C 2 2 C 38/00

3 0 3

B 2 2 F 3/02

C

審査請求 未請求 請求項の数 2 F D (全 9 頁)

(21)出願番号

特願平9-80138

(22)出願日

平成9年(1997)3月24日

(71)出願人 000183417

住友特殊金属株式会社

大阪府大阪市中央区北浜4丁目7番18号

(72)発明者 横田 順

大阪府三島郡島本町江川2丁目15-17 住

友特殊金属株式会社山崎製作所内

(72)発明者 山下 祐

大阪府三島郡島本町江川2丁目15-17 住

友特殊金属株式会社山崎製作所内

(72)発明者 橋川 博司

大阪府三島郡島本町江川2丁目15-17 住

友特殊金属株式会社山崎製作所内

(74)代理人 弁理士 押田 良久

(54)【発明の名称】 光アイソレータ用Nd-Fe-B焼結磁石の製造方法

(57)【要約】

【課題】 光アイソレータに要求される寸法精度と磁気特性の規格を満足する、微小で機械的強度の高いNd-Fe-B焼結磁石を機械加工量を極小にして歩留まりよく製造できる製造方法の提供。

【解決手段】 Nd-Fe-B合金粉末をスプレー造粒し、開口部の開き寸法が0.2mm以上、5.0mm以下のダイスキャビティを用いて寸法精度の良好な焼結体を得たのち、必要に応じてエッジ部分の面取り加工を行い、熱処理を行った後、表面処理を施す。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 スプレー造粒法により造粒したNd-Fe-B合金粉末を、開口部の開き寸法が0.2mm以上、5.0mm以下のダイスキャビティ内に自由落下により給粉し、ついで該造粒合金粉末に磁界を印加して配向しながらプレス成形し、脱バインダー後に焼結し、さらに熱処理を施した後、表面処理を施し、肉厚が0.1mm以上、4.0mm以下で、ファラデー回転子を挿入するための中空部を有する筒状磁石を得る光アイソレーター用Nd-Fe-B焼結磁石の製造方法。

【請求項2】 請求項1において、焼結後にエッジ部分に面取り加工を施し、ついで熱処理、表面処理を施す光アイソレーター用Nd-Fe-B焼結磁石の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 この発明は、レーザー光による光ファイバー通信に用いられる光アイソレーターの構成部品でファラデー回転子を磁気飽和させるのに用いる微小な光アイソレーター用Nd-Fe-B焼結磁石の製造方法に係り、該Nd-Fe-B焼結磁石の原料であるNd-Fe-B合金粉末をスプレー造粒法により造粒し、得られた造粒合金粉末を開口部の開きの小さなダイスキャビティ内に給粉し、次いで該造粒合金粉末に磁界を印加して配向しながらプレス成形し、焼結した後、熱処理を施し、さらに表面処理を施すことにより、ファラデー回転子を挿入するための中空部を有し、寸法精度および磁気特性の優れた微小な筒状焼結磁石が得られる、光アイソレーター用Nd-Fe-B焼結磁石の製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 光アイソレーターは、光を一方通行させるための素子であり、半導体レーザーモジュールや光ファイバー増幅器などにおいて、レーザーの発振部に戻り光が侵入するのを防止し、発振を安定化させる働きをするものである。

【0003】 光アイソレーターの一般的な構成は、偏光子、光の偏光面を45度回転させるファラデー回転子、並びにファラデー回転子を磁気飽和させる永久磁石、これらを支える筐体などからなる。特に、レーザー光を用いた光ファイバー通信システムに使われる光アイソレーターには非常に小さな寸法の希土類焼結磁石が用いられている。

【0004】 最近、レーザー光の波長域でファラデー回転角が極めて大きいBi置換希土類鉄ガーネットが開発され、レーザー光の偏光面を45度回転させるのに必要なファラデー回転子の厚みが数100μmと小さくすむようになった。このため、光アイソレーターの小型化が進み、それに伴い用いられる永久磁石のサイズも小さくなった。

【0005】 光アイソレーターに用いられる希土類焼結

磁石の一般的な形状はリング状で、中心部に偏光子、ファラデー回転子などを挿入する中空部を有する。一般的なサイズは外径約2~3mm、内径1.5~2mm、高さ約1~3mmで、小型であるため高い寸法精度が要求される。また、磁気特性としては、ファラデー回転子を磁気飽和させるのに十分な1kOe以上の中空部の磁界強度が要求される。

【0006】 これらの要求に応える磁石材料として、光アイソレーターには従来、2-17系Sm-Co焼結磁石を精密加工したものが多く採用されてきた。この理由は、2-17系Sm-Co磁石は保磁力の発生機構がピンニング型であるため、加工による磁気特性の劣化が少ないという利点があるからである。

## 【0007】

【発明が解決しようとする課題】 しかし、発明者らは、上記の光アイソレーター用磁石の製造方法には以下の問題点があることを知見した。すなわち、従来用いられている2-17系Sm-Co焼結磁石は機械的強度が低く、非常に脆いため、前述の寸法に機械加工する際にワレやカケなどの加工不良の発生率が高くなる。また、ワレやカケなどの致命的な不良に至らずとも、製品のエッジ部分に微小なチッピングが発生して製品の機械的強度や磁気特性が低下したり、アイソレーターの組立工程中にワレやカケが起こり不良が発生する。

【0008】 2-17系Sm-Co磁石の機械的強度の問題を解決する手段のひとつとして、磁石を粉末にして樹脂と混合し、成形するボンド磁石化が考えられる。しかし、ボンド磁石は樹脂を含有するため、ボンド磁石中に含まれる磁石粉末の占有率は焼結磁石の場合に比べてはるかに低い。このため、ボンド磁石の最大エネルギー積は、同じ材料の焼結磁石の半分程度しか得られていないのが現状である。したがって、ボンド磁石では前述の小さな寸法で高い中空部の磁界強度を得ることができない。

【0009】 一方、光アイソレーターの磁石材料としてNd-Fe-B焼結磁石を採用する場合は、機械的強度が2-17系Sm-Co焼結磁石の2倍以上であるため、加工時の不良は低減する。しかし、Nd-Fe-B焼結磁石の保磁力の発生機構はニュークリエーション型なので加工歪みの影響を受けやすい。Nd-Fe-B焼結体素材から機械加工によって光アイソレーター用磁石を削り出す方法では、加工取りしろが大きく製品の受ける加工歪みが増大するため、保磁力、および減磁曲線の角形性が低下してしまうという問題がある。

【0010】 上記の加工取りしろを減少させて製品の受ける加工歪みを低減するには、焼結後にできるだけ製品の最終寸法に近い焼結体が得られるように成形する必要がある。光アイソレーターの寸法の成形体を得ようとすると、開口部の開き寸法が5mm以下のダイスキャビティ内にNd-Fe-B合金粉末を給粉することになる

が、通常の合金粉末は極めて流動性が悪く、このような狭い空隙には容易に自由落下しないものであり、たとえ給粉できたとしても、給粉量のバラツキが大きいために焼結体の寸法が変動し、やはり加工取りしろを大きく設定せざるを得なくなるという問題があった。

【0011】この発明は、光アイソレーターに要求される寸法精度と磁気特性の規格を満足する、微小で機械的強度の高いNd-Fe-B焼結磁石を、機械加工量を極小にして歩留まりよく製造できる光アイソレーター用Nd-Fe-B焼結磁石の製造方法の提供を目的とする。

【0012】

【課題を解決するための手段】発明者らは、微小な光アイソレーター用Nd-Fe-B焼結磁石の新規な製造方法について種々検討した結果、Nd-Fe-B合金粉末をスプレー造粒法によって造粒し、粉末の流動性を改善することにより、プレス成形時のダイスキャピティーの開口部の開き寸法が0.5mm以上ならば、造粒粉原料を自由落下により容易に給粉できること、また、給粉量のバラツキが低減するため、成形、焼結後の製品の寸法精度が飛躍的に向上し、特に仕上げ加工を施さなくとも所定の寸法精度の製品が得られることを知見した。

【0013】また、発明者らは、上記の方法で得られたNd-Fe-B焼結体にエッジ部分の面取りが必要な場合、面取り加工後に必要に応じて熱処理を施すことにより加工歪みに起因する保磁力の減少、および減磁曲線の角形性の低下が防止できることを知見し、この発明を完成させた。

【0014】すなわち、この発明は、スプレー造粒法により造粒したNd-Fe-B合金粉末を、開口部の開き寸法が0.2mm以上、5.0mm以下のダイスキャピティー内に自由落下により給粉し、ついで該造粒合金粉末に磁界を印加して配向しながらプレス成形し、脱バインダー後に焼結し、さらに熱処理を施した後、表面処理を施し、肉厚が0.1mm以上、4.0mm以下で、フラッター回転子を挿入するための中空部を有する筒状磁石を得る光アイソレーター用Nd-Fe-B焼結磁石の製造方法である。

【0015】また、この発明は、上記の製造方法において、焼結後にエッジ部分に面取り加工を施し、ついで熱処理、表面処理を施す、光アイソレーター用Nd-Fe-B焼結磁石の製造方法を併せて提案する。

【0016】

【発明の実施の形態】この発明において、対象とするNd-Fe-B合金粉末は、単一の所製組成からなる合金を粉砕した粉末や、異なる組成の合金を粉砕した後、混合して所要組成に調整した粉末など、公知のNd-Fe-B合金粉末を用いることができる。合金粉末の組成は特に限定しないが、保磁力を向上させるためにNdの一部をDyで置換したり、耐食性の向上のためにFeの一部をCoで置換するなど、特公昭61-34242号公

報に代表されるような公知の組成のNd-Fe-B合金を用いることができる。

【0017】Nd-Fe-B合金粉末の製造方法には、鋳造粉砕法、超急冷法、直接還元拡散法、水素含有崩壊法、アトマイズ法などの公知の方法を適宜選択することができる。合金粉末の平均粒径は1 $\mu$ m未満では、大気中の酸素あるいは溶媒と反応して酸化し易くなり、焼結後の磁気特性を低下させるため好ましくなく、また、10 $\mu$ mを越えると粒径が大きすぎて焼結密度が低下するため好ましくない。よって、1~10 $\mu$ mの平均粒径が好ましい範囲である。より好ましくは1~6 $\mu$ mの範囲である。

【0018】この発明において、Nd-Fe-B合金粉末をスプレー造粒する際に、合金粉末にバインダーとともに混合、攪拌してスラリーを作製するのに使用する溶媒としては、バインダーを容易に溶解することが可能で、かつNd-Fe-B合金粉末とバインダーと反応し難く、沸点が比較的低く、化学的に安定なものが好ましい。

【0019】具体的には、溶媒として水溶性バインダーを用いる場合には水が最も好ましく、その純度は特に規定しないが、Nd-Fe-B合金粉末の希土類成分との反応を極力抑制するために、脱酸素処理した純水あるいは窒素などの不活性ガスでバブリング処理した水が好ましい。また、溶媒として非水溶性バインダーを用いる場合には、エチルアルコール、イソプロピルアルコール、アセトン、メチルエチルケトン、ノルマルヘキサン、シクロヘキサン、トルエン、塩化メチレン、ジオキサン等の有機系の溶媒を用いることが好ましい。

【0020】この発明において、Nd-Fe-B合金粉末に加える溶媒の添加量は、20wt%未満ではスラリー中のNd-Fe-B合金粉末の濃度が高くなって、粘度が増加し過ぎるため、該スラリーを配管を經由してスプレードライヤー装置に供給することができず、また、50wt%を越えるとスラリー中のNd-Fe-B合金粉末の濃度が低くなり過ぎて、配管内で沈殿が起こり供給量が不安定になるとともに、スプレードライヤー装置によって得られる造粒粉の平均粒径が小さくなり過ぎ、さらに、粒径にバラツキを生じるため、20~50wt%が好ましい範囲である。

【0021】Nd-Fe-B合金粉末への溶媒の混合、攪拌は、溶媒に水を用いた場合は、0~15 $^{\circ}$ Cの温度範囲で行うことが好ましく、合金粉末と水との酸化反応をより抑制することができる。また、有機系の溶媒を用いた場合は、0~30 $^{\circ}$ Cの温度範囲で、密閉状態で行うことが好ましく、溶媒の蒸発を抑え、スラリー中の溶媒濃度を一定に保持することができ、造粒粉の粉体特性を安定化させることができる。なお、上記の温度範囲で混合、攪拌を行うには、予め該温度範囲に冷却した溶媒を用いたり、攪拌容器を冷却水等によって冷却する手段を

採用することができる。

【0022】この発明において、Nd-Fe-B合金粉末と溶媒とともに混合、撹拌するバインダーとしては、メチルセルロース、ポリアクリルアミド、ポリビニルアルコールのうち少なくとも1種を用いることが好ましい。また、有機系の溶媒を用いる場合には、パラフィンワックス、ポリエチレングリコール(PEG)、ポリビニルピロリドン(PVP)、ヒドロキシプロピルメチルセルロース(HPMC)、ヒドロキシプロピルメチルセルロース(HPMC)、エチルセルロース(EC)、アセチルセルロース、ニトロセルロース、酢酸ビニル樹脂等の、使用する有機溶媒に溶解するバインダーの少なくとも1種を用いることができる。

【0023】上記のバインダーは少量の添加でスラリーの粘度を高めることができるとともに、乾燥後においても、造粒粉中の粒子間に高い結合力を保持することができる。また、添加量が少量で十分なため、粉末中の残留炭素量、炭素量を低減することができる。さらに、バインダーを添加した場合、造粒粉がバインダーによって被覆されているため大気中において酸化し難く造粒粉の取り扱いが容易になったり、成形体の強度が向上するなどの利点がある。

【0024】バインダーを単独で用いる場合の含有量は、希土類含有合金粉末に対して0.05wt%未満では造粒粉中の粒子間の結合力が弱く、成形前の給粉時に造粒粉が壊れて粉体の流動性が著しく低下し、また、0.5wt%を越えると焼結体の残留炭素量と酸素量が増加して保磁力が下がり、また磁界配向が困難になり磁気特性が劣化するので、0.05~0.5wt%の含有量がこれらの点で好ましい。さらに、複合して用いる場合は、上記と同様な理由により、すべてのバインダーの含有量の合計が0.05~0.5wt%の範囲であることが好ましい。

【0025】Nd-Fe-B合金粉末に上述した溶媒とバインダーを混合、撹拌したスラリー中に、さらにグリセリン、ワックスエマルジョン、ステアリン酸、フタル酸エステル、ベトリオール、グリコール等の分散剤、潤滑剤のうち少なくとも1種を添加するか、あるいはさらに、n-オクチルアルコール、ポリアルキレン誘導体、ポリエーテル系誘導体等の消泡剤を添加すると、スラリーの分散性、均一性が向上し、スプレードライヤー装置中でのスラリーの噴霧状態が良好になり、気泡が少なく滑り性、流動性にすぐれる球形の造粒粉を得ることが可能になる。

【0026】これらの分散剤、潤滑剤、消泡剤の添加量は、0.03wt%未満では造粒粉を成形後の離型性改善に効果がなく、また、0.3wt%を越えると焼結体の残留炭素量と酸素量が増加して保磁力が下がり磁気特性が劣化するので、0.03~0.3wt%の含有量が好ましい。

【0027】この発明において、Nd-Fe-B合金粉末と溶媒からなるスラリー、あるいは該スラリー中にバインダーを含有したものから造粒粉を作製するには、スラリーを噴霧して細かい液滴状にするアトマイザー、液滴に磁界を印加して磁気配向させる磁気回路、および液滴を乾燥、固化し回収する回収部から構成される、回転ディスク型またはノズル型スプレードライヤー装置を用いるとよい。

【0028】スプレードライヤー装置の回転ディスク、加圧ノズル型または二流体ノズル型等の各アトマイザーから高速で飛び出した液滴状のスラリーは、回収部内の雰囲気ガスとの衝突によって減速しながらほぼ直線的に飛行するが、この間に表面から溶媒の蒸発が起こり、短時間で乾燥、固化して造粒粉となる。液滴の乾燥速度は粒径が小さいほど早くなるので、粒径を小さくすることが望ましい。

【0029】粒径を小さくするには、回転ディスクにおいては回転数を上げてやればよい。好ましい回転数は、乾燥温度、ディスクの半径、形状、スラリーの粘度等によって変動するが、ディスクの周速度が10m/s未満では、液滴が大きすぎて乾燥せず、回収部の内壁に付着し、また、200m/sを越えるとディスクの周囲に発生する気流の乱れにより液滴が四方八方に飛散して造粒ができないので、好ましいディスクの周速度は10~200m/sである。

【0030】加圧ノズルまたは二流体ノズルでは、ノズルのオリフィス径を小さくし、噴射圧を高めることにより、液滴の粒径を小さくし、乾燥速度を早めることができる。好ましいオリフィス径は0.2~2mmである。好ましい噴射圧は、加圧ノズルの場合は2~20kg/cm<sup>2</sup>、二流体ノズルの場合は、ガス圧0.5~10kg/cm<sup>2</sup>である。

【0031】この発明において用いるNd-Fe-B合金粉末は非常に酸化し易いため、スプレードライヤー装置の回収部の雰囲気ガスには窒素ガス等の不活性ガスを用いることが好ましい。また、液滴の乾燥固化や乾燥速度を早めて造粒処理の効率を高めるためには、雰囲気の不活性ガスを加熱する必要がある。この加熱温度は60~150℃で、Nd-Fe-B合金粉末の酸化を極力抑制するために、乾燥が不十分にならない範囲でできるだけ低めに設定することが望ましい。

【0032】この発明において、得られる造粒粉の粒径は、上記のアトマイザーから噴霧される液滴の大きさ、スプレードライヤー装置へ供給するスラリーの濃度や供給速度などによって制御することができるが、例えば、造粒粉の平均粒径が20μm未満では造粒粉の流動性がほとんど向上せず、また、平均粒径が400μmを越えると粒径が大き過ぎて成形時の金型内への充填密度が低下するとともに成形体密度も低下し、ひいては、焼結密度の低下を来すことになるので好ましくなく、よっ

て、造粒粉の平均粒径は $20 \sim 400 \mu\text{m}$ が好ましい。より好ましい範囲は $50 \sim 200 \mu\text{m}$ である。

【0033】また、スプレー造粒法で得られた造粒粉を、ふるいによってアンダーカット、オーバーカットすることにより、さらに極めて流動性に富んだ造粒粉を得ることができる。

【0034】さらに、得られた造粒粉にステアリン酸亜鉛、ステアリン酸マグネシウム、ステアリン酸カルシウム、ステアリン酸アルミニウム、ポリエチレングリコールなどの潤滑剤を少量添加すると、流動性をさらに向上させることができ有効である。

【0035】この発明による造粒粉を用いて光アイソレーター用磁石の成形を行う場合の成形方法は圧縮成形が最も好ましい。金型への造粒粉の供給方法はダイスの上面を移動できるフィーダーボックスによる方法が好ましい。フィーダーボックスは底のない枠状で、枠内に造粒粉を挿入し、枠がダイスキャピティの真上に移動したときに自由落下により造粒粉が給粉される構造になっている。スプレー造粒法で得られた造粒粉は極めて流動性に富むので、上記の方法で光アイソレーターの寸法のダイスに一定量の給粉を行うことが可能である。

【0036】この発明において、ダイスキャピティの開口部の開き寸法とは、ダイスの上面を真上から見た場合の、合金粉末が落下するスリットの幅の最も狭いところの寸法を指す。ダイスキャピティの開口部の開き寸法が $0.2 \text{ mm}$ 未満では、空隙部で造粒粉がブリッジを形成して給粉が円滑に実施できないため、開口部の開き寸法は $0.2 \text{ mm}$ 以上とする。また、中空部を有する光アイソレーターの成形ではコアパンチを有するダイスセットを用いるが、この場合はコアパンチの外周面とダイス壁面との開き寸法が $0.2 \text{ mm}$ 以上あれば、自由落下による造粒粉の定量供給が可能である。

【0037】ダイスキャピティの開口部の開き寸法が $5.0 \text{ mm}$ よりも大きい場合は、スプレー造粒を施す前の合金粉末を用いても支障なく給粉が可能である。よって、この発明の成形用ダイスキャピティの開口部の開き寸法は $0.2 \sim 5.0 \text{ mm}$ とする。

【0038】上記の条件下で給粉が円滑に実施できない場合は、フィーダーボックスをダイスキャピティ上に移動した後、コアパンチを下げてコアパンチの吸引効果を利用して給粉したり、コアパンチを下げて開口部を広げた状態で給粉した後、コアパンチを上げたり、あるいは給粉動作の際にフィーダーボックスを前後に数回移動するなどの方法を単独、あるいは組み合わせる用いることができる。

【0039】成形は磁界中で行うが、造粒粉は通常の合金粉末に比べてバインダーで固定されて配向し難くなっているため、できるだけ高い成形磁界を印加することが好ましい。この場合の磁界強度としては $10 \sim 20 \text{ kOe}$ が好ましい範囲である。また、給粉後の造粒粉にパル

ス磁界を印加して造粒粉を一次粒子まで崩壊させて配向を容易にし、その後に磁界中成形するのも好ましい実施形態のひとつである。

【0040】この発明において、成形は適度な成形体強度が得られる圧力で行うとよい。成形圧力が $0.2 \text{ ton/cm}^2$ 未満では成形体の強度が低くなり取り扱い中に壊れることがあり、また、 $5.0 \text{ ton/cm}^2$ を越えるとプレスパンチが破損しやすくなるため好ましくない。よって、好ましい成形圧力の範囲は $0.2 \sim 5.0 \text{ ton/cm}^2$ である。ただし、パンチの肉厚が薄い場合には破損しやすくなるため、成形圧力の上限をより低く設定しなければならない。

【0041】この発明において、成形後の圧粉体を焼結する前に脱バインダー処理を行うことが好ましい。脱バインダーの手法としては、真空中で加熱するか、水素流気中で $100 \sim 200^\circ\text{C/h}$ で昇温し、 $300 \sim 600^\circ\text{C}$ で1～2時間程度保持するなど、適宜選択できる。脱バインダー処理を施すことにより、成形体中のバインダー成分が抜けて焼結体中の残留炭素量を低減させることができ、磁気特性が向上する。

【0042】なお、 $\text{Nd-Fe-B}$ 合金粉末は水素を吸収し易いために、水素流気中での脱バインダー処理後は脱水素処理を行うことが好ましい。脱水素処理の条件としては、真空中で $50 \sim 200^\circ\text{C/h}$ の昇温速度で昇温し、 $500 \sim 800^\circ\text{C}$ で1～2時間程度保持することにより、吸蔵されていた水素はほぼ完全に除去される。

【0043】また、脱水素処理後は引き続き昇温加熱して焼結を行うことが好ましく、 $500^\circ\text{C}$ を越えてからの昇温速度は任意に選定すればよく、例えば、 $100 \sim 300^\circ\text{C/h}$ など、焼結に際して取られる公知の昇温条件を採用できる。

【0044】脱バインダー処理後の成形体の焼結、並びに焼結後の熱処理条件は、選定した $\text{Nd-Fe-B}$ 合金粉末の組成に応じて適宜選定されるが、例えば、焼結条件としては $1000^\circ\text{C} \sim 1180^\circ\text{C}$ で1～2時間、熱処理条件としては $450 \sim 800^\circ\text{C}$ で1～8時間などが好ましい。また、この発明において熱処理は必ずしも必須ではなく、熱処理による磁気特性その他の変化が少なく、特に熱処理の必要がなければ、これを省略してもよい。

【0045】この発明で得られる焼結体は寸法が小さく、体積に対する表面積の割合が大きいため、焼結や熱処理時の雰囲気の影響が通常の焼結体よりも大きい。特に酸化による悪影響を防ぐためには、焼結、熱処理時の雰囲気は高真空か、窒素を除く高純度の不活性ガス雰囲気中で行うのが望ましい。

【0046】この発明で得られる焼結体の肉厚は、成形時の肉厚と焼結時の収縮率によって決まるが、通常の収縮率で収縮する場合、成形時の肉厚が上記の $0.2 \sim$

5. 0mmの範囲内ならば、得られる焼結体の肉厚は0.1~4.0mmの範囲になる。

【0047】この発明で得られる焼結磁石の寸法バラツキは小さく、そのままで寸法精度の高い製品が得られるが、エッジ部分のチッピングを防止したり、表面処理の付着性を高める目的で、エッジ部分の面取りを行うことが好ましい。面取り加工の方法としては、バレル研磨やサンドブラストによる研磨などを適宜採用することができる。このような場合には、面取り加工による加工歪みの影響を低減する目的で仕上げ加工の後に熱処理を行うことが好ましい。

【0048】この発明の製造方法の表面処理としては、寸法精度を損わずに均一な被膜を形成する方法がよく、なかでもTiNコーティング、Al真空蒸着、ポリイミド蒸着重合法などが適している。TiNコーティングは窒素を含む真空雰囲気中でTiを反応蒸着するもので、薄くて硬度の高い被膜が得られる。Al真空蒸着は硬度をあまり必要としない製品に適用できる。ポリイミド蒸着重合は二種類のモノマーを製品の表面で重合反応させるもので、電気絶縁性の高い被膜が得られる。いずれの表面処理も5~10 $\mu$ mの膜厚で十分な被覆性能が得られる。

【0049】

【実施例】

実施例1

Nd13.3at%、Pr0.31at%、Dy0.28at%、Co3.4at%、B6.5at%、残部Fe、および不可避免的な不純物からなる原料を、Arガス雰囲気中で高周波溶解して、合金を溶製した。次に、該合金を粗粉碎した後、ジョークラッシャー及びディスクミルにより420 $\mu$ m以下に粉碎し、さらにジェットミル粉碎して平均粒径3 $\mu$ mの粉末を得た。

【0050】該粉末に、バインダーとしてポリビニルアルコールの水溶液を、溶質の重量が粉末に対して0.10wt%になるように混合、攪拌し、さらにスラリー中の合金粉末の含有量が65.0wt%になるように水を加えて攪拌した。また、潤滑剤としてグリセリンとステアリン酸をそれぞれ粉末に対して0.05wt%になるように添加した。スラリーは、スプレードライヤー装置に供給する直前まで攪拌し、スラリー中の合金粉末の濃度や添加剤の濃度が均一に保たれるようにした。

【0051】該スラリーを、クローズドタイプのスプレードライヤー装置に供給し、回転ディスク型アトマイザーで噴霧を行い、窒素雰囲気中で乾燥を行った。乾燥温度は窒素ガスの噴射口温度を80℃、排出口温度を50℃に設定した。

【0052】得られた造粒粉を目の開きが250 $\mu$ mのふるいにかけて粗粒子を除去し、また、目の開きが32 $\mu$ mのふるいにかけて微粒子を除去して、平均粒径87 $\mu$ mの造粒粉を得た。この操作における歩留まりは85

wt%であった。粒径選別した造粒粉の粉体の流動性を、最小内径8mmのロート状の管を100gの粉体が自然落下して通過するまでに要する時間で測定したところ、40秒であった。

【0053】粒径選別した該造粒粉を磁界中プレス機に設置された給粉機に装填し、外径8.0~12.6mm、内径2.6mm、深さ5.0mmの寸法を持つ、円筒形のダイスのキャビティー内に造粒粉を自然落下により給粉し、次いで上下方向に10kOeの磁界を印加して造粒粉を配向しながら、深さ方向に0.5Ton/cm<sup>2</sup>の圧力を加えて成形した。

【0054】成形体を水素雰囲気中で室温から500℃まで昇温速度100℃/hで加熱する脱バインダー処理を行い、引き続いて真空中で1100℃まで昇温し、1時間保持する焼結を行い、さらに焼結完了後、Arガスを導入して7℃/minの速度で800℃まで冷却し、その後、100℃/hの速度で冷却して、500℃で2時間保持する熱処理を施して焼結磁石を得た。得られた焼結体の寸法は収縮によって成形体よりも減少したが、ワレ、ヒビ、変形などは全く見られなかった。

【0055】次に、焼結体を真空チャンバーに入れて真空引きを行い、窒素ガスを導入しながらTiを蒸着し、試料に電圧を印加して膜厚5 $\mu$ mのTiN膜を成膜した。得られたインライン型光アイソレーター用磁石試料100個の各部の寸法バラツキを表1に、磁気特性の平均値を表2に示す。

【0056】比較例1

実施例1で得られたジェットミル粉碎後の合金粉末を、スプレー造粒せずにそのまま、縦10mm、横15mm、深さ30mmの寸法を持つ、直方体形のダイスのキャビティー内に粉末を自然落下により給粉し、ついで、10mmの辺に平行に10kOeの磁界を印加して粉末を配向しながら、深さ方向に1.5Ton/cm<sup>2</sup>の圧力を加えて成形した。

【0057】このとき成形に用いた合金粉末の流動性を、最小内径8mmのロート状の管を100gの粉体が自然落下して通過するまでに要する時間で測定しようとしたところ、粉末は全く流れなかった。

【0058】成形体を実施例1と同じ条件で焼結、熱処理を行い、縦7.5mm、横8.5mm、高さ8.0mmの加工用焼結体素材を得た後、外径3.0mm、内径2.2mm、高さ3.0mmのリング形状に機械加工を行った。

【0059】次に、加工した素材を真空チャンバーに入れて真空引きを行い、窒素ガスを導入しながらTiを蒸着し、試料に電圧を印加して膜厚5 $\mu$ mのTiN膜を成膜した。得られたインライン型光アイソレーター用磁石試料100個の各部の寸法バラツキを表1に、磁気特性の平均値を表2に示す。

【0060】



【表1】

	ダイスの 外径(mm)	開口部の 開き寸法 (mm)	TiNコーティング後の寸法バラツキ(mm)		
			外径	内径	高さ
実施例1	12.5	5.0	平均10.78 範囲0.03	平均3.20 範囲0.01	平均2.95 範囲0.05
	8.6	3.0	平均7.33 範囲0.03	平均2.19 範囲0.01	平均2.88 範囲0.06
	5.6	1.5	平均4.79 範囲0.03	平均2.20 範囲0.02	平均2.71 範囲0.08
	3.6	0.5	平均3.07 範囲0.04	平均2.21 範囲0.02	平均2.66 範囲0.09
	2.0	0.2	平均2.65 範囲0.04	平均2.20 範囲0.02	平均2.49 範囲0.10
比較例1	-	-	平均2.64 範囲0.05	平均2.20 範囲0.02	平均2.63 範囲0.06

【0061】

\* \* 【表2】

	リング肉厚 (mm)	磁気特性			
		Br (kG)	(BH) <sub>max</sub> (MGOe)	iHc (kOe)	Hk (kOe)
実施例1	4.27	10.5	25.4	14.0	10.2
	2.57	10.5	25.3	14.2	10.1
	1.30	10.5	25.1	14.1	9.8
	0.43	10.5	25.1	14.1	9.5
	0.17	10.4	25.0	14.0	9.3
比較例1	0.17	10.2	18.3	12.6	5.4

【0062】表1の結果から明らかなように、この発明で得られる光アイソレーター用微小磁石の寸法バラツキは、成形時のダイスキャビティの開口部の開き寸法が0.2mm以上であれば、焼結体素材から切り出し加工したときと同等の寸法精度が得られる。また、表2の結果から明らかなように、この発明で得られる磁石の磁気特性は、焼結体素材から切り出し加工した場合に比べて、肉厚が薄くても保磁力や減磁曲線の角形性がさほど低下せず、良好な磁気特性が得られる。

## 【0063】実施例2

Nd13.3at%、Pr0.31at%、Dy0.28at%、Co3.4at%、B6.5at%、残部Fe、および不可避免的不純物からなる原料を、Arガス雰囲気中で高周波溶解して、合金を溶製した。次に、該合金を粗粉碎した後、ジョークラッシャー、およびディスクミルにより420μm以下に粉碎し、さらに、ジェッ

トミル粉碎して平均粒径3μmの粉末を得た。

【0064】該粉末に、バインダーとしてヒドロキシプロピルセルロースのエチルアルコール溶液を、溶質の重量が粉末に対して0.10wt%になるように混合、攪拌し、さらに、スラリー中の合金粉末の含有量が65.0wt%になるようにエチルアルコールを加えて攪拌した。また、潤滑剤としてグリセリンとステアリン酸をそれぞれ粉末にたいして0.05wt%になるように添加した。スラリーは、スプレードライヤー装置に供給する直前まで攪拌し、スラリー中の合金粉末の濃度や添加剤の濃度が均一に保たれるようにした。

【0065】該スラリーを、クローズドタイプのスプレードライヤー装置に供給し、二流体ノズル型アトマイザーで噴霧を行い、窒素雰囲気中で乾燥を行った。乾燥温度は窒素ガスの噴射口温度を70℃、排出口温度を40℃に設定した。



【0066】実施例1で得られたスプレー造粒粉を磁界中プレス機に設置された給粉機に装填し、縦11.8mm、横17.6mm、深さ15.0mm、肉厚1.8mmの枠型のダイスキャビティー内に造粒粉を自由落下により給粉し、ついで、上下方向に20kOeの静磁界を印加して造粒粉を崩壊させ、さらに上下方向に10kOeの静磁界を印加して粉末を配向しながら、深さ方向に1.0Ton/cm<sup>2</sup>の圧力を加えて成形した。

【0067】成形体を水素雰囲気中で室温から500℃まで昇温速度100℃/hで加熱する脱バインダー処理を行い、引き続き真空中で1100℃まで昇温し、1時間保持する焼結を行い、さらに焼結完了後、Arガスを導入して7℃/minの速度で800℃まで冷却し、その後、100℃/hの速度で冷却して縦10.0mm、横15.0mm、高さ5.0mm、肉厚1.5mmの枠型の焼結磁石を得た。得られた焼結体にはワレ、ヒビ、変形などは全く見られなかった。

【0068】次に、得られた焼結体をバレル中で回転しながらサンドブラスト研磨し、エッジ部を半径0.1mmだけ面取り加工した。加工時のワレ、ヒビの発生は皆無であった。

【0069】加工後の素材を真空中で550℃で2時間保持する熱処理を施した。さらに、熱処理後の素材を真空チャンバーに入れて真空引きを行い、ピロメリット酸二無水物と4,4-ジアミノジフェニルエーテルをそれぞれ単体で同時に加熱蒸発させ、素材表面で蒸着重合させてポリイミド膜を形成させ、ついで、真空中で加熱、脱水反応を起こさせてイミド化処理を行い、膜厚5μmのポリイミド蒸着重合膜を成膜した。得られたファイバー集積型光アイソレーター用磁石試料の圧壊強度と磁気特性の平均値を表3に示す。

#### 【0070】比較例2

実施例1で得られたジェットミル粉碎後の合金粉末を、スプレー造粒せずにそのまま、縦15.0mm、横20.0mm、深さ30.0mmの寸法を持つ、直方形のダイスキャビティー内に粉末を自由落下により給粉し、次いで上下方向に10kOeの静磁界を印加して粉末を配向しながら、深さ方向に1.5Ton/cm<sup>2</sup>の圧力を加えて成形した。

【0071】成形体を実施例2と同じ条件で焼結し、縦\*40

\*12.8mm、横17.0mm、高さ7.5mmの加工用焼結体素材を得た後、実施例2と同じ寸法の枠型に機械加工を行った。この時の加工取りしろは0.5~1.5mmで、加工時の不良率は5%であった。次に、加工した素材を真空チャンバーに入れて真空引きを行い、実施例2と同様の手順で膜厚5μmのポリイミド蒸着重合膜を成膜した。得られたファイバー集積型光アイソレーター用磁石試料の圧壊強度と磁気特性の平均値を表3に示す。

#### 【0072】比較例3

Sm11.9at%、Cu8.8at%、Fe12.6at%、Zr1.2at%、残部Co、および不可避免的不純物からなる原料を、Arガス雰囲気中で高周波溶解して、合金を溶製した。次に、該合金を粗粉碎した後、ジョークラッシャー、及びディスクミルにより420μm以下に粉碎した後、さらに、ジェットミル粉碎して平均粒径3μmの粉末を得た。

【0073】得られたSm-Co系合金粉末を、スプレー造粒せずにそのまま、縦15.0mm、横20.0mm、深さ30.0mmの寸法を持つ、直方形のダイスキャビティー内に粉末を自由落下により給粉し、ついで、上下方向に10kOeの静磁界を印加して粉末を配向しながら、深さ方向に1.5Ton/cm<sup>2</sup>の圧力を加えて成形した。

【0074】成形体を真空中で1200℃まで昇温し、1時間保持する焼結を行い、さらに、焼結完了後、1160℃にて溶体化処理を行い、その後、Arガスを導入して800℃から400℃までの多段熱処理を施して加工用の焼結磁石素材を得た。

【0075】得られた素材を実施例2と同じ寸法の枠型に機械加工を行った。この時の加工取りしろは0.5~1.5mmで、加工時にワレ、カケが発生し、加工不良率は45%であった。次に、加工した素材を真空チャンバーに入れて真空引きを行い、実施例2と同様の手順で膜厚5μmのポリイミド蒸着重合膜を成膜した。得られたファイバー集積型光アイソレーター用磁石試料の圧壊強度と磁気特性の平均値を表3に示す。

#### 【0076】

【表3】

	圧壊強度 (kg/mm <sup>2</sup> )	磁気特性			
		Br (kG)	(BH) <sub>max</sub> (MGOe)	1Hc (kOe)	Hk (kOe)
実施例2	23	10.4	25.3	14.5	10.3
比較例2	23	10.3	18.5	12.3	5.4
比較例3	11	9.2	17.6	15.5	8.4

【0077】表3の結果から明らかなように、この発明で得られる光アイソレーター用Nd-Fe-B焼結磁石の圧壊強度は2-17系Sm-Co磁石に比べて優れており、光アイソレーターの組立工程における磁石の破損を防止できる。また、表3の結果から明らかなように、この発明で得られる磁石の磁気特性は、焼結体素材から切り出し加工した場合に比べて加工による歪みの影響を受けないため、本実施例の如く肉厚が薄い場合でも保磁力や減磁曲線の角形性が低下せず、良好な磁気特性が得られる。

#### 【0078】

【発明の効果】この発明による光アイソレーター用Nd-Fe-B焼結磁石の製造方法は、合金粉末をスプレー造粒することにより流動性を向上させ、開口部の開き寸法が0.2mm以上、5.0mm以下のダイスキャピティーを用いて寸法精度の良好な焼結体を得ることがで

き、これに表面処理を施すことにより、肉厚が0.1mm以上、4.0mm以下で、フレグダー回転子を挿入するための中空部を有する、機械的強度と磁気特性の優れた光アイソレーター用Nd-Fe-B焼結磁石を容易に製造できる。

【0079】また、この発明による光アイソレーター用Nd-Fe-B焼結磁石の製造方法は、上記の方法で得られた焼結体素材にエッジ部分に面取り加工を施し、加工後に熱処理を行うことにより面取り加工の歪みによる磁気特性の劣化を緩和させ、機械的強度と磁気特性の優れた光アイソレーター用Nd-Fe-B焼結磁石を容易に製造できる。

【0080】この発明の製造方法で得られる微小なNd-Fe-B焼結磁石は、光アイソレーターのみならず、同様の形状を有するモーター用、あるいはアクチュエーター用磁石などにも応用が可能である。